

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**



(19)

(11) Publication number:

Generated Document.

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(21) Application number: 10118559

(51) Intl. Cl.: C04B 24/32 C04B 22/0

(22) Application date: 28.04.98

<p>(30) Priority:</p> <p>(43) Date of application publication: 09.11.99</p> <p>(84) Designated contracting states:</p>	<p>(71) Applicant: TAIHEIYO CEMENT CO. LTD. TAKEMOTO OIL &amp; FIELD</p> <p>(72) Inventor: HAYASHI HIROSHI TSUKADA KAZUHISA MATSUHISA MASATO KANEDA YOSHIHISA ISHIMORI MASAKI SOEDA KOICHI YAMADA KAZUO HONMA KENICHI HABARA TOSHISUKE IIDA MASAHIRO KINOSHITA MITSUO</p> <p>(74) Representative:</p>
--	---

**(54) POWDER CEMENT  
DISPERSING AGENT**

(57) Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To obtain a powder cement dispersing agent utilizable for a premix product and capable of improving the fluidity of a cement.

**SOLUTION:** This powder cement dispersing agent contains (a) a water-soluble vinyl copolymer having a group COOM (M denotes an alkali metal or the like) and a polyalkylene glycol chain and (b) a compound which is a nitrate, a nitrite, an organic acid salt or a hydroxide of one or more metals selected from alkaline earth metals and transition metals and has 0.1 (0° C) solubility in water. The weight ratio of the components (a)/(b) is (10/90) to

(90/10).

COPYRIGHT: (C)1999,JPO

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

**特開平11-310444**

(43) 公開日 平成11年(1999)11月9日

(51) Int. CL.<sup>4</sup>  
 C 0 4 B 24/32  
 22/06  
 22/08  
 // C 0 4 B 103: 40

識別記号

P I

C 0 4 B 24/32 Z  
 22/06 Z  
 22/08 B

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願平10-118559

(22) 出願日 平成10年(1998)4月28日

(71) 出願人 000000240

太平洋セメント株式会社  
 東京都千代田区西神田三丁目8番1号

(71) 出願人 000210654

竹本油脂株式会社  
 愛知県蒲郡市港町2番5号

(72) 発明者 林 浩志

千葉県佐倉市大作二丁目4番2号 秩父小  
 野田株式会社中央研究所内

(72) 発明者 塚田 和久

千葉県佐倉市大作二丁目4番2号 秩父小  
 野田株式会社中央研究所内

(74) 代理人 弁理士 有賀 三幸 (外4名)

最終頁に続く

(54) 発明の名称 粉体セメント分散剤

(57) 要約

【解決手段】 (a)、基-COOM (式中、Mはアルカリ金属等を示す) 及びポリアルキレングリコール鎖を有する水溶性ビニル共重合体、並びに (b)、アルカリ土類金属及び遷移金属から選ばれる1種又は2種以上の金属の硝酸塩、亜硝酸塩、有機酸塩又は水酸化物であり、水に対する溶解度が0.1 (0℃) 以上の化合物を含有し、かつ (a) 成分 / (b) 成分の重量比が10 / 90 ~ 90 / 10 である粉体セメント分散剤。

【効果】 粉体であるのでブレックス製品への利用が可能であり、かつ、セメントの流動性を向上させることができる。

(3)

特開平11-310444

3

【式中、 $R'$ 、 $R''$ 、 $R'''$ 、 $R^{IV}$ 、 $R^{V}$ 及び $R^{VI}$ は同一又は異なって水素原子又はメチル基を示し、 $R'$ 、 $R''$ 及び $R'''$ は炭素数1~3のアルキル基を示し、 $M'$ は水素原子、アルカリ金属、アルカリ土類金属、アンモニウム又は有機アミンを示し、 $Y$ は $-SO_2M'$ 又は $-O-P(=O)(OH)_2$ （ここで、 $M'$ は水素原子、アルカリ金属、アルカリ土類金属、アンモニウム又は有機アミンを示し、 $Ph$ はフェニル基を示す）を示し、 $m$ は5~109の整数を示し、 $p$ は5~50の整数を示す。

【請求項4】 (b)成分が消石灰、硝酸カルシウム、亜硝酸カルシウム、酢酸カルシウム、硝酸マグネシウム、硝酸鉄、硝酸銅、水酸化バリウム及び水酸化ストロンチウムから選ばれた一種又は二種以上の無機化合物である請求項1、2又は3記載の粉体セメント分散剤。

【請求項5】 (b)成分が硝酸カルシウム、亜硝酸カルシウム及び水酸化バリウムから選ばれた一種と消石灰とからなるものである請求項1、2又は3記載の粉体セメント分散剤。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は流動性の優れたセメント組成物を製造するために用いられるセメント分散剤に関し、詳細には、プレミックス製品にもあらかじめ配合することができる粉体のセメント分散剤に関する。

【0002】

【従来の技術】一般に水セメント比（ $W/C$ 比）は、小さい程セメント組成物の強度や耐久性は向上するが、流動性、作業性は悪くなる。近年、低水セメント比で良好な流動性が得られるセメント分散剤として、水溶性ビニル共重合体を主成分とする分散剤を使用する例が増えている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、水溶性ビニル共重合体を主成分とする分散剤は一般に水溶液として製造されるため、左官材料等のプレミックス製品にあらかじめ配合しておくことが不可能であり、輸送等においては粉体セメント分散剤に比べコストがかかるという欠点があった。このため、水溶性ビニル共重合体を主成分とする液体セメント分散剤を粉末化して、これらの課題を解決しようとする技術もあるが（特許第2669761号）、粉状化する工程が必要なために、液状分散剤に比べ製造コストが割高となり、更に、固形分が同量の場合、粉末分散剤の分散性能は液体セメント分散剤に比べ同等以下であるという欠点があった。従って本発明の目的は、従来液状で供給されていた水溶性ビニル共重合体を主成分とする分散剤を粉末化することにより、プレミックス製品等への使用や輸送費等の低減を可能とし、更には、従来の液体セメント分散剤に比べ少ない添加量で良好な流動性が得られるように分散性能を向上させた粉体セメント分散剤を提供することにある。

10

【0004】

【課題を解決するための手段】斯かる実情に鑑み本発明者らは、上記課題を解決すべく鋭意研究を行った結果、特定の水溶性ビニル共重合体と、アルカリ土類金属、遷移金属から選ばれる特定の塩又は水酸化物とを併せて粉体化することにより、水溶性ビニル共重合体を主成分とする液体セメント分散剤に比べ、分散性能が著しく向上した分散剤が得られることを見出し本発明を完成した。

【0005】すなわち本発明は、次の(a)成分及び

(b)成分

(a)、基 $-COOM$ （式中、 $M$ は水素原子、アルカリ金属、アルカリ土類金属、アンモニウム又は有機アミンを示す）及びポリアルキレングリコール鎖を有する水溶性ビニル共重合体

(b)、アルカリ土類金属及び遷移金属から選ばれる1種又は2種以上の金属の硝酸塩、亜硝酸塩、有機酸塩又は水酸化物であり、水に対する溶解度が0.1(0℃)以上の化合物を含有し、かつ(a)成分/(b)成分の重量比が10/90~90/10である粉体セメント分散剤を提供するものである。

20

【0006】

【発明の実施の形態】本発明の(a)成分である水溶性ビニル共重合体は、基 $-COOM$ 及びポリアルキレングリコール鎖を有するものである。ここで基 $-COOM$ 中の $M$ は、水素原子：ナトリウム、カリウム等のアルカリ金属；カルシウム、マグネシウム等のアルカリ土類金属；アンモニウム又は有機アミンが好ましい。また、ポリアルキレングリコール鎖は $-O(CH_2C(R')H)_pO-$ で示されるものであり、ここで $R'$ は水素原子又はメチル基を示し、 $p$ は5~109が好ましく、特に9~80が好ましい。

30

【0007】更に(a)成分として好ましいものとしては、全構成単位中に、下記式(1)で示される構成単位(1)を40~80モル%、下記式(2)で示される構成単位(2)を2~25モル%、下記式(3)で示される構成単位(3)を3~20モル%及び下記式(4)で示される構成単位(4)を1~45モル%の割合で有する数平均分子量2000~50000の水溶性ビニル共重合体が挙げられる。

40

【0008】

【化3】

50

(2)

特開平11-310444

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 次の(a)成分及び(b)成分

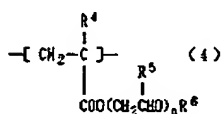
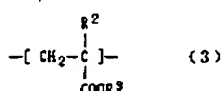
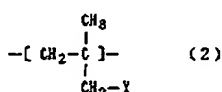
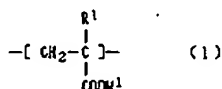
(a)、基- $\text{COOM}$  (式中、Mは水素原子、アルカリ金属、アルカリ土類金属、アンモニウム又は有機アミンを示す) 及びポリアルキレングリコール鎖を有する水溶性ビニル共重合体

(b)、アルカリ土類金属及び遷移金属から選ばれる1種又は2種以上の金属の硝酸塩、亜硝酸塩、有機酸塩又は水酸化物であり、水に対する溶解度が0.1(0℃)

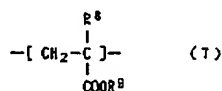
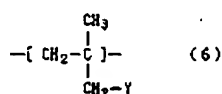
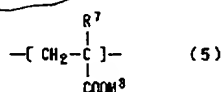
以上の化合物を含有し、かつ(a)成分/(b)成分の重量比が10/90~90/10である粉体セメント分散剤。

【請求項2】 (a)成分が、全構成単位中に、下記式(1)で示される構成単位(1)を40~80モル%、下記式(2)で示される構成単位(2)を2~25モル%、下記式(3)で示される構成単位(3)を3~20モル%及び下記式(4)で示される構成単位(4)を1~45モル%の割合で有する数平均分子量2000~5000の水溶性ビニル共重合体である請求項1記載の粉体セメント分散剤。

【化1】



30

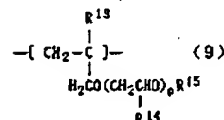
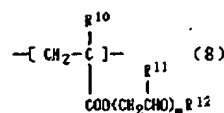


\*

\*〔式中、 $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$ 、 $\text{R}^3$ 及び $\text{R}^4$ は同一又は異なって水素原子又はメチル基を示し、 $\text{R}^5$ 及び $\text{R}^6$ は炭素数1~3のアルキル基を示し、 $\text{M}^1$ は水素原子、アルカリ金属、アルカリ土類金属、アンモニウム又は有機アミンを示し、 $\text{X}$ は $-\text{SO}_3\text{M}^1$ 又は $-\text{O}-\text{Ph}-\text{SO}_3\text{M}^1$  (ここで、 $\text{M}^1$ は水素原子、アルカリ金属、アルカリ土類金属、アンモニウム又は有機アミンを示し、 $\text{Ph}$ はフェニレン基を示す)を示し、 $n$ は5~109の整数を示す〕

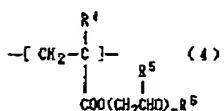
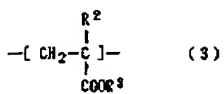
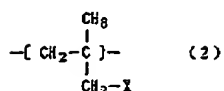
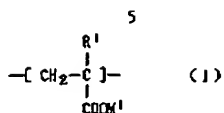
【請求項3】 (a)成分が、全構成単位中に、下記式(5)で示される構成単位(5)を40~70モル%、下記式(6)で示される構成単位(6)を5~30モル%、下記式(7)で示される構成単位(7)を1~20モル%、下記式(8)で示される構成単位(8)を1~30モル%及び下記式(9)で示される構成単位(9)を1~30モル%の割合で有する数平均分子量2000~5000の水溶性ビニル共重合体である請求項1記載の粉体セメント分散剤。

【化2】



(4)

特開平11-310444



【0009】〔式中、 $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$ 、 $\text{R}^4$ 及び $\text{R}^5$ は同一又は異なって水素原子又はメチル基を示し、 $\text{R}^3$ 及び $\text{R}^6$ は炭素数1～3のアルキル基を示し、 $\text{M}^1$ は水素原子、アルカリ金属、アルカリ土類金属、アンモニウム又は有機アミンを示し、 $\text{X}$ は $-\text{SO}_3\text{M}^1$ 又は $-\text{O}-\text{Ph}-\text{SO}_3\text{M}^1$ （ここで、 $\text{M}^1$ は水素原子、アルカリ金属、アルカリ土類金属、アンモニウム又は有機アミンを示し、 $\text{Ph}$ はフェニレン基を示す）を示し、 $n$ は5～109の整数を示す〕

【0010】上記式（1）～（4）中、 $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$ 、 $\text{R}^4$ 及び $\text{R}^5$ は、メチル基が好ましい。また $\text{R}^3$ 及び $\text{R}^6$ としては、メチル基、エチル基、 $n$ -プロピル基、 $i$ -プロピル基が挙げられ、就中メチル基が好ましい。ま

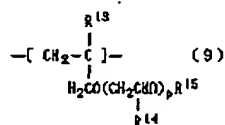
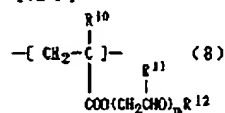
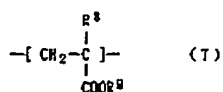
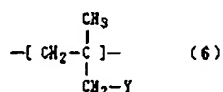
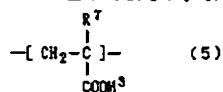
6

\*た、 $\text{M}^1$ としては、ナトリウム、カリウム、カルシウム、マグネシウム、アルカノールアミン等が好ましく、特に、ナトリウムが好ましい。また $\text{X}$ 中の $\text{M}^1$ としては、ナトリウム、カリウム等のアルカリ金属原子、カルシウム、マグネシウム等のアルカリ土類金属、アンモニウム及びエタノールアミン等のアルカノールアミン等の有機アミンが挙げられる。これらのうち $\text{X}$ としては、 $-\text{SO}_3\text{Na}$ が好ましい。また、（4）式中の $n$ は5～109が好ましく、特に9～80が好ましい。構成単位（1）は40～80モル%であることが好ましく、特に45～75モル%であることが好ましい。構成単位（2）は2～25モル%であることが好ましく、特に5～20モル%であることが好ましい。構成単位（3）は3～20モル%であることが好ましく、特に5～15モル%であることが好ましい。また、構成単位（4）は1～45モル%であることが好ましく、特に3～40モル%であることが好ましい。なお、構成単位のモル%は、（1）～（4）の全構成単位を100モル%とした場合の夫々の構成単位のモル%を示す。

【0011】また特に（a）成分として好ましいものとしては、全構成単位中に、下記式（5）で示される構成単位（5）を40～70モル%、下記式（6）で示される構成単位（6）を5～30モル%、下記式（7）で示される構成単位（7）を1～20モル%、下記式（8）で示される構成単位（8）を1～30モル%及び下記式（9）で示される構成単位（9）を1～30モル%の割合で有する数平均分子量2000～50000の水溶性ビニル共重合体が挙げられる。

【0012】

【化4】



【0013】〔式中、 $\text{R}^7$ 、 $\text{R}^8$ 、 $\text{R}^{10}$ 、 $\text{R}^{11}$ 、 $\text{R}^{12}$ 及び $\text{R}^{13}$ は同一又は異なって水素原子又はメチル基を示し、 $\text{R}^9$ 、 $\text{R}^{14}$ 及び $\text{R}^{15}$ は炭素数1～3のアルキル基を示し、 $\text{M}^3$ は水素原子、アルカリ金属、アルカリ土類金属、アンモニウム又は有機アミンを示し、 $\text{Y}$ は $-\text{SO}_3\text{M}^3$ 又は $-\text{O}-\text{Ph}-\text{SO}_3\text{M}^3$ （ここで、 $\text{M}^3$ は水素原子、アルカリ金属、アルカリ土類金属、アンモニウム又は有機アミンを示し、 $\text{Ph}$ はフェニレン基を示す）を示

し、 $m$ は5～109の整数を示し、 $p$ は5～50の整数を示す。

【0014】上記式（5）～（9）中、 $\text{R}^7$ 、 $\text{R}^8$ 、 $\text{R}^{10}$ 、 $\text{R}^{11}$ 、 $\text{R}^{12}$ 及び $\text{R}^{13}$ はメチル基が好ましい。また、 $\text{R}^9$ 、 $\text{R}^{14}$ 及び $\text{R}^{15}$ としては、メチル基、エチル基、 $n$ -プロピル基、 $i$ -プロピル基が挙げられ、就中、メチル基が好ましい。また、 $\text{M}^3$ 及び $\text{M}^4$ としては、ナトリウム、カリウム、カルシウム、マグネシウム、アルカノ

(5)

特開平11-310444

7

8

ールアミン等が好ましく、特にナトリウムが好ましい。また若 $\gamma$ としては $-SO_3Na$ が好ましい。(8)式中の $m$ は5~109が好ましく、特に9~80が好ましい。また、(9)式中の $p$ は5~50が好ましく、特に9~40が好ましい。構成単位(5)は40~70モル%であることが好ましく、特に45~65モル%であることが好ましい。構成単位(6)は5~30モル%であることが好ましく、特に8~23モル%であることが好ましい。構成単位(7)は1~20モル%であることが好ましく、特に1~15モル%であることが好ましい。構成単位(8)は1~30モル%であることが好ましく、特に5~25モル%であることが好ましい。また、構成単位(9)は1~30モル%であることが好ましく、特に3~25モル%であることが好ましい。なお、構成単位のモル%は(5)~(9)の全構成単位の合計を100モル%とした場合の夫々の構成単位のモル%を示す。

【0015】上記構成単位からなる水溶性ビニル共重合体としては、数平均分子量2000~50000(GPC法、ポリエチレングリコール換算)のものが好ましく、3500~30000のものがより好ましい。

【0016】本発明に用いる(1)成分の化合物としてはアルカリ土類金属及び遷移金属から選ばれる一種又は二種以上の金属の硝酸塩、亜硝酸塩、有機酸塩又は水酸化物であり、かつ、溶解度が0.1(0℃)以上の化合物であり、例えば、消石灰(水酸化カルシウム)、硝酸カルシウム、亜硝酸カルシウム、酢酸カルシウム、硝酸マグネシウム、硝酸鉄、硝酸銅、水酸化バリウム、水酸化ストロンチウム等が挙げられる。

【0017】このうち、比較的安価で液体セメント分散剤の粉末化が容易なものとしては消石灰が好ましく、分散性能を向上させる効果が高いものとしては硝酸カルシウム及び亜硝酸カルシウム等の溶解度の高いものが好ましい。(1)成分として硝酸カルシウムや亜硝酸カルシウム等の溶解度の高いものを使用する場合は、粉末化を容易とし、且つ粉体の安定性を高めるために、消石灰等の比較的溶解度の低い(2)成分を併用することが望ましく、このようにすれば比較的容易に分散性能の高い粉体セメント分散剤を製造することができる。特に(1)成分として水酸化バリウムを用いると、分散性能が極めて高い粉体セメント分散剤が得られる。また、水酸化ストロンチウムを用いると粉体の安定性及び分散性能が共に高い粉体セメント分散剤が得られる。具体的な好ましい組み合わせとしては、消石灰と硝酸カルシウム、消石灰と亜硝酸カルシウム、消石灰と水酸化バリウムの組み合わせが挙げられる。また、(1)成分として水酸化物を用いる場合に、本粉体セメント分散剤の製造工程において、(a)成分と(1)成分の混合物が100℃以上

の高温下に置かれることは、(a)成分がアルカリ雰囲気下で加水分解を受けるおそれがあり、好ましくない。例えば、難揮発性有機化合物水溶液に生石灰を作用せしめて、難揮発性有機化合物と消石灰の混合物を得る方法が知られているが(特公平7-14824号)。(a)成分の水溶液に同じように生石灰を作用せしめると、生石灰の消化反応により系内の温度が著しく上昇し、

(a)成分のアルカリ加水分解が生じ、得られた粉体セメント分散剤の分散性が大幅に低下してしまうことがあるため好ましくない。

【0018】(a)成分である水溶性ビニル共重合体と(b)成分との配合比率は、10~90/90~10(重量%)が好ましく、この配合比率を外れると粉末化が困難となったり、分散性能が低下したりする。より好ましい配合比率は25~75/75~25(重量%)である。

【0019】本発明の粉体セメント分散剤には、粉末化する際の担体として、上記の(b)成分の他に、液状物質を乾燥造粒する際に通常担体として用いられている、ホワイトカーボン(ケイ酸カルシウム)等も使用できる。

【0020】本発明の粉体セメント分散剤は公知の乾燥造粒法(転動造粒法、スプレードライヤー、フリーズドライ等)により製造できる。

【0021】本発明の粉体セメント分散剤の粒度は1~1000 $\mu m$ が好ましく、特に5~500 $\mu m$ とすることが分散性の点で好ましい。

【0022】本発明が適用できるセメントは特に限定されず、通常用いられている普通ポルトランドセメント、高炉セメント、シリカセメント、フライアッシュセメント等の混合セメント、更には、超速硬セメント、低アルカリセメントでも良く、更にまた、速硬材を含有させた吹き付け用セメントに対しても効果がある。更に、高炉スラグ、フライアッシュをコンクリート調製時に添加するコンクリート組成物の流動性改善にも効果的である。

【0023】本発明の粉体セメント分散剤の添加量は、セメント100重量部に対して0.1~5重量部とすることが好ましく、特に0.2~3重量部とすることが好ましい。

【0024】

【実施例】以下、実施例を挙げて本発明を更に詳細に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。なお、実施例に使用した材料は以下の通りである。

【0025】〔使用材料〕a成分：液体ポリカルボン酸系分散剤(1)~(4)(固形分30%水溶液)：表1に構成単位及びその反応比(モル%)を示す。

【0026】

〔表1〕



(6)

特開平11-310444

10

9

液体ポリカルボン酸系分散剤 (1) (固形分30%水溶液)

(モル%)

式(1) 相当分	式(2) 相当分	式(3) 相当分	式(4) 相当分	分子量
メタクリル酸塩	メタリルスルホン酸塩	メチルアクリレート	メトキシポリ(p-25)エチレングリコールメタクリレート	
54	7	8	31	5000

液体ポリカルボン酸系分散剤 (2) (固形分30%水溶液)

(モル%)

式(1) 相当分	式(2) 相当分	式(3) 相当分	式(4) 相当分	分子量
メタクリル酸塩	メタリルスルホン酸塩	メチルアクリレート	メトキシポリ(p-25)エチレングリコールメタクリレート	
63	13	15	9	1800

液体ポリカルボン酸系分散剤 (3) (固形分30%水溶液)

(モル%)

式(5)相当分	式(6)相当分	式(7)相当分	式(8)相当分	式(9)相当分	分子量
メタクリル酸塩	メタリルスルホン酸塩	メチルアクリレート	メトキシポリ(p-25)エチレングリコールメタクリレート	メトキシポリ(p-25)エチレングリコールモノアイルエーテル	
60	8	5	2	10	15
					5500

液体ポリカルボン酸系分散剤 (4) (固形分30%水溶液)

(モル%)

式(5)相当分	式(6)相当分	式(7)相当分	式(8)相当分	式(9)相当分	分子量
メタクリル酸塩	メタリルスルホン酸塩	メチルアクリレート	メトキシポリ(p-25)エチレングリコールメタクリレート	メトキシポリ(p-50)エチレングリコールモノアイルエーテル	
70	10	7	3	6	10
					17000

【0027】b成分:

消石灰(溶解度0.185(0℃))

硝酸カルシウム(溶解度102(0℃))

亜硝酸カルシウム(水に易溶)

酢酸カルシウム(水に易溶)

硝酸マグネシウム(溶解度0.1以上(0℃)、42.3(18℃))

硝酸亜鉄(200(0℃))

硝酸銅(水に易溶)

水酸化バリウム(78(0℃))

水酸化ストロンチウム(0.41(0℃))

比較例で用いた化合物:

ケイ酸カルシウム(水に不溶;溶解度0.1以下(0℃))

酸化カルシウム(0.13(10℃))

セメント:

秩父小野田(株)製普通ポルトランドセメント

【0028】実施例1

表1に示す構成の水溶性ビニル共重合体を固形分換算で30%含有する液体ポリカルボン酸系分散剤1730gに消石灰480gを加え、60℃に加熱しながらミキサ

30 ーで攪拌した。ポリカルボン酸系分散剤中の水分が蒸発した後も引き続き60℃で乾燥し、得られた粉粒体を粉碎して粒径50~200μmとし、本発明の分散剤1を得た。

【0029】実施例2

表1に示す構成の水溶性ビニル共重合体を固形分換算で30%含有する液体ポリカルボン酸系分散剤1400gに亜硝酸カルシウム380g及び消石灰200gを加え、60℃に加熱しながらミキサーで攪拌した。ポリカルボン酸系分散剤中の水分が蒸発した後も引き続き60℃で乾燥し、得られた粉粒体を粉碎して50~200μmとし本発明の分散剤2を得た。

【0030】実施例3~20

実施例1及び2と同様にして表2に示す本発明の分散剤3~20を得た。

【0031】比較例1

(b)成分を使用せずに担体として、珪酸カルシウムを使用して実施例1と同様の製造方法により、表2に示す分散剤21を得た。

【0032】比較例2

50 表1に示す構成の水溶性ビニル共重合体を固形分換算で

(7)

特開平11-310444

11

12

30%含有する液体ポリカルボン酸系分散剤(1)17  
30gに水酸化バリウム480gを攪拌し、表2に示す  
液状の分散剤22を得た。

【0033】比較例3

表1に示す構成の水溶性ビニル共重合体を固形分換算で  
30%含有する液体ポリカルボン酸系分散剤(1)17  
30gに生石灰364gを加え、60℃に加熱しながら  
ミキサーで攪拌した。ポリカルボン酸系分散剤中の水分\*

\*が蒸発した後も引き続き60℃で乾燥し、得られた粉粒  
体を粉砕して粒径50~200μとし表2に示す分散剤  
23を得た。尚、添加した生石灰は消化反応により消石  
灰となり、分散剤1と同じ組成の粉体分散剤が得られ  
た。また、生石灰の消化反応により系内の最大温度は1  
30℃まで上昇した。

【0034】

【表2】

(重量%)

セメント 分散剤種類	(a) 成分 種類 <sup>1)</sup> 及び水共 溶性ビニル共重 合体固形分(%)	(b) 成分 種類(1)及 び固形分(%)	(b) 成分 種類(2)及び 固形分(%)	担体 種類及び固 形分(%)	水分 (%)
分散剤1	液体分散剤1 48	消石灰 48			4
分散剤2	液体分散剤1 39	消石灰 38	亜硝酸Ca 20		3
分散剤3	液体分散剤1 33	消石灰 32	亜硝酸Ca 32		3
分散剤4	液体分散剤1 25	消石灰 48	亜硝酸Ca 24		3
分散剤5	液体分散剤1 33	消石灰 32	硝酸Ca 32		3
分散剤6	液体分散剤1 33	消石灰 32	硝酸Ca 32		3
分散剤7	液体分散剤1 33	消石灰 32	硝酸Mg 22		3
分散剤8	液体分散剤1 33	消石灰 32	硝酸第二Fe 32		3
分散剤9	液体分散剤1 33	消石灰 32	硝酸Cu 32		3
分散剤10	液体分散剤1 33	消石灰 32	水酸化Ba 32		3
分散剤11	液体分散剤1 48	水酸化Ba 48			4
分散剤12	液体分散剤1 68	水酸化Ba 28			4
分散剤13	液体分散剤1 48	水酸化Sr 48			4
分散剤14	液体分散剤1 53		亜硝酸Ca 32	硫酸Ca 32	3
分散剤15	液体分散剤2 48	消石灰 48			4
分散剤16	液体分散剤2 33	消石灰 32	亜硝酸Ca 32		3
分散剤17	液体分散剤3 48	消石灰 48			4
分散剤18	液体分散剤3 33	消石灰 32	亜硝酸Ca 32		3
分散剤19	液体分散剤4 48	消石灰 48			4
分散剤20	液体分散剤4 33	消石灰 32	亜硝酸Ca 32		3
分散剤21	液体分散剤1 48			硫酸Ca 48	4
分散剤22	液体分散剤1 23	水酸化Ba 22			55
分散剤23	液体分散剤1 48	消石灰 48			4

1: (a) 成分の種類は液体分散剤1が液体ポリカルボン酸系分散剤(1)、  
液体分散剤2が液体ポリカルボン酸系分散剤(2)、液体分散剤3が液体  
ポリカルボン酸系分散剤(3)、液体分散剤4が液体ポリカルボン酸系分  
散剤(4)を示す。

2: 表2に示す分散剤1~21及び23の粒径は50~200μmに調整した。

【0035】試験例1

普通ポルトランドセメント100重量部に対し水27重  
量部を加え、ホバートミキサーを用いて3分間混合して  
ペーストを調整し、フロー値を測定した。尚、本発明品  
の粉体セメント分散剤はあらかじめセメントに(セメン  
トの内割で)混合して使用し、液体セメント分散剤(液  
体ポリカルボン酸系分散剤(1)、(2)、(3)、  
(4)及び分散剤22)は混雑水に(水の内割で)混台

して使用した。試験結果を表3に示す。

【フロー値測定方法】厚さ5mmのみがき板ガラスの上に  
内径50mm、高さ1mmの塩化ビニル製パイプ(内容  
積100ml)を置き、調整したペーストを充填した後、  
パイプを引き上げる。広がりが出た後、直角2方向  
の直径を測定しその平均値をフロー値とした。

【0036】

【表3】

(8)

特開平11-310444

13

14

区分	No	分散剤種類	添加量 (セメント×%)	ペースト フロー(mm)	流動性 評価
実施例	1	分散剤1	0.8	212	○
	2	分散剤2	0.8	220	○
	3	分散剤3	0.8	232	○
	4	分散剤4	0.8	191	○
	5	分散剤5	0.8	231	○
	6	分散剤6	0.8	223	○
	7	分散剤7	0.8	208	○
	8	分散剤8	0.8	201	○
	9	分散剤9	0.8	211	○
	10	分散剤10	0.8	238	○
	11	分散剤11	0.8	244	○
	12	分散剤12	0.8	252	○
	13	分散剤13	0.8	266	○
	14	分散剤14	0.8	260	○
	15	分散剤15	0.8	261	○
	16	分散剤16	0.8	250	○
	17	分散剤17	0.8	260	○
	18	分散剤18	0.8	280	○
	19	分散剤19	0.8	278	○
	20	分散剤20	0.8		○
比較例	1	液体ポリカルボン酸系分散剤(1)	0.8	121	×
	2	液体ポリカルボン酸系分散剤(2)	0.8	148	×
	3	液体ポリカルボン酸系分散剤(3)	0.8	159	×
	4	液体ポリカルボン酸系分散剤(4)	0.8	186	×
	5	分散剤21	0.8	175	×
	6	分散剤22	0.8	142	×
	7	分散剤23	0.8	167	×

注：流動性の評価はフロー値180mm以上を○、180mm未満を×とした。

【0037】表3より、本発明品は、液体ポリカルボン酸系分散剤単独、(b)成分を使用しない粉体セメント分散剤、(a)成分と(b)成分を用いた液状セメント分散剤のいずれに比べても、少ない添加量で高い分散効果が得られることが分かる。また、(b)成分として水酸化物を用いる場合に、生石灰のように発熱反応が急激に進行する化合物を使用すると、得られた粉体セメント\*

\* 分散剤の分散性が大幅に低下することが確認された。

【0038】

【発明の効果】本発明の粉体セメント分散剤は粉末化によりプレミックス製品への利用が可能となり、更には、液体のポリカルボン酸系分散剤に比べ、少ない添加量で優れた分散効果を発揮し、セメント組成物に高い流動性を付与することができる。

フロントページの続き

(72)発明者 松久 真人  
千葉県佐倉市大作二丁目4番2号 秩父小  
野田株式会社中央研究所内

(72)発明者 金田 由久  
千葉県佐倉市大作二丁目4番2号 秩父小  
野田株式会社中央研究所内

(72)発明者 石森 正樹  
千葉県佐倉市大作二丁目4番2号 秩父小  
野田株式会社中央研究所内

(72)発明者 副田 孝一  
千葉県佐倉市大作二丁目4番2号 秩父小  
野田株式会社中央研究所内

(72)発明者 山田 一夫  
千葉県佐倉市大作二丁目4番2号 秩父小  
野田株式会社中央研究所内

(72)発明者 本間 健一  
千葉県佐倉市大作二丁目4番2号 秩父小  
野田株式会社中央研究所内

(72)発明者 羽原 俊祐  
千葉県佐倉市大作二丁目4番2号 秩父小  
野田株式会社中央研究所内

(72)発明者 飯田 昌宏  
愛知県豊橋市弥生町字西豊和37番地12

(72)発明者 木之下 光男  
愛知県豊川市為当町榎木308番地